

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] The flocculant for water treatment characterized by including the high polymerization silicic-acid solution which has the limiting viscosity of about 0.2 (100 ml/g) more than obtained by making it liquefy again after performing dealkalization metalizing to the water solution of an alkali-metal silicate after making this gel, about 8% or more of SiO₂ concentration, and about 0.3% or less of alkali-metal concentration.

[Claim 2] The flocculant for water treatment characterized by including the high polymerization silicic-acid solution which has the limiting viscosity of about 0.2 (100 ml/g) more than obtained by making it liquefy again after performing dealkalization metalizing to the water solution of an alkali-metal silicate after making this gel, about 8% or more of SiO₂ concentration, and about 0.3% or less of alkali-metal concentration, and the fusibility salt of the metal which can form a hydroxide in underwater.

[Claim 3] The flocculant for water treatment according to claim 2 whose fusibility salt of the metal which can form a hydroxide in underwater is the second iron of a nitric acid, a ferric chloride, or ferric sulfate. [Claim 4] The manufacture approach of the flocculant for water treatment characterized by considering as the high polymerization silicic-acid solution which has the limiting viscosity of about 0.2 (100 ml/g) more than by making it liquefy again after performing dealkalization metalizing to the water solution of an alkali-metal silicate and making this into the thing of the gel state by polymerization. [Claim 5] The manufacture approach of the flocculant for water treatment characterized by adding the fusibility salt of the metal which can form a hydroxide in this in underwater after obtaining a high polymerization silicic-acid solution by the manufacture approach according to claim 4.

[Translation done.]

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

第2759853号

(46)発行日 平成10年(1998) 5月28日

(24)登録日 平成10年(1998) 3月20日

(51)Int.Cl.⁴

B 01 D 21/01

識別記号

1 0 2

P I

B 01 D 21/01

1 0 2

請求項の数 5 (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3-274331

(22)出願日 平成3年(1991) 9月27日

(65)公開番号 特開平4-363104

(43)公開日 平成4年(1992)12月16日

審査請求日 平成7年(1995) 3月30日

(31)優先権主張番号 特願平2-260591

(32)優先日 平2(1990)10月1日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(73)特許権者 000193508

水道機工株式会社

東京都中央区月島2丁目15番13号

(72)発明者 長谷川 孝雄

埼玉県戸田市上戸田5丁目24番3号

(72)発明者 鬼塚 卓也

神奈川県相模原市上鶴間301の90の102

(72)発明者 江原 康浩

東京都北区赤羽台1丁目3番13号の101

(72)発明者 鶴本 寛紘

神奈川県大和市西鶴間6丁目18番5号

(72)発明者 赤沢 寛

神奈川県川崎市多摩区登戸2935

(74)代理人 弁理士 鈴木 秀雄

審査官 富永 正史

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水処理用凝集剤及びその製造方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液に脱アルカリ金属処理を施した後、これをゲル化させてから再び液状化させることによって得られた、約0.2(100ml/g)以上の極限粘度と、約8%以上のSiO₂濃度と、約0.3%以下のアルカリ金属濃度とを有する高重合ケイ酸溶液を含むことを特徴とする、水処理用凝集剤。

【請求項2】 アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液に脱アルカリ金属処理を施した後、これをゲル化させてから再び液状化させることによって得られた、約0.2(100ml/g)以上の極限粘度と、約8%以上のSiO₂濃度と、約0.3%以下のアルカリ金属濃度とを有する高重合ケイ酸溶液と、水中において水酸化物を形成しうる金属の可溶性塩とを含むことを特徴とする、水処理用凝

2

集剤。

【請求項3】 水中において水酸化物を形成しうる金属の可溶性塩が、硝酸第二鉄、塩化第二鉄又は硫酸第二鉄である、請求項2記載の水処理用凝集剤。

【請求項4】 アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液に脱アルカリ金属処理を施し、これを重合処理によってゲル状態のものとした後に再び液状化させることによって、約0.2(100ml/g)以上の極限粘度を有する高重合ケイ酸溶液とすることを特徴とする、水処理用凝集剤の製造方法。

【請求項5】 請求項4記載の製造方法によって高重合ケイ酸溶液を得た後、これに、水中において水酸化物を形成しうる金属の可溶性塩を添加することを特徴とする、水処理用凝集剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、水中から不純物を除去するための水処理用凝集剤及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】本出願人は、さきに特願昭61-276688号をもって、高重合度のケイ酸溶液を用いた安全かつ不純物除去能力の高い水処理用凝集剤を提案した。高重合ケイ酸溶液を用いた上記の水処理用凝集剤は、凝集剤中に含まれる有効成分（ケイ酸及び水中において水酸化物を形成しうる金属）の濃度をより高くし、又は極限粘度のより高い高重合ケイ酸溶液を用いることによって、水中の不純物凝集能力をさらに増大させることができる。また、凝集剤は水溶液の状態で作製、運搬されるので、有効成分濃度を高くすることができれば、製造コスト、輸送コストを低減することができる。これらの事情を考慮すると、実用上凝集剤の有効成分濃度は、ケイ酸濃度（ SiO_2 換算）において8%程度（重量比）以上、金属塩添加後の全有効成分濃度（ SiO_2 + 金属塩換算）において10%程度以上とすることが望ましい。

【0003】しかし、凝集剤溶液中におけるケイ酸や金属の濃度を高くすると、ケイ酸溶液は極めてゲル化し易くなることが屢々指摘されており、活性ケイ酸又は高重合ケイ酸溶液の製造に際して、ケイ酸濃度（ SiO_2 換算）が8%程度以上になるように製造したり、これをそのまま保存、運搬したりする事例を見出すことはできない。すなわち、ケイ酸濃度（ SiO_2 換算）が8%程度以上であるような活性ケイ酸や高重合ケイ酸溶液の製造・保存は、実際には不可能であると思われていた。

【0004】前記特願昭61-276688号の発明にかかる高重合ケイ酸溶液についても、その凝集能力をさらに高めようとして単純にケイ酸濃度を高くすると、凝集剤溶液の保存期間を短縮する結果となる。すなわち、不純物凝集能力のより一層の増大化やコスト低減と安定性の維持とが、両立し難い結果となるおそれがあった。

【0005】本発明は、高重合ケイ酸溶液を含む水処理用凝集剤についての上記の問題を解決し、高い極限粘度と高いケイ酸濃度を有して不純物凝集効果が高いと共に、高濃度における有効保存期間が極めて長い水処理用凝集剤及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明においては、上記の問題点を解決するための手段として、約8%以上の SiO_2 濃度と約0.2（100ml/g）以上の極限粘度を有し、かつアルカリ金属濃度を著しく低減した高重合ケイ酸溶液が用いられる。通常、活性ケイ酸や高重合ケイ酸溶液の製造のためには、原料としてケイ酸ナトリウム（水ガラス）、ケイ酸カリウム等のアルカリ金属ケイ酸塩が用いられ、これに、硫酸や炭酸ガス等を添加するこ

とによって製造される。この場合、添加物質による中和反応で Na_2SiO_3 や NaHCO_3 等の可溶性の塩が生成し、このため、原料中のアルカリ金属（Na、K等）の存在に起因するアルカリ度は低下するが、溶液内におけるアルカリ金属濃度そのものは変わらない。

【0007】発明者等は種々研究の結果、脱アルカリ金属処理を施してかつそれを高度に重合させ、それによって、アルカリ金属濃度が著しく低減された高重合ケイ酸溶液は、ケイ酸濃度や有効成分金属濃度が高い場合においてもゲル化し難く、したがって、不純物凝集能力が高いと共に保存性に富む凝集剤が得られることを知見した。

【0008】例えば、水ガラスを陽イオン交換樹脂層内を通過させるとNa量が著しく低減されたケイ酸溶液が得られる。この溶液にアルカリ剤を加えてpHを中性付近に調整すると、溶液はいったん急速にゲル化する。しかしこのゲル状物をそのまま放置すると再び高粘度の溶液状態（すなわち高重合状態のケイ酸溶液）に変化し、この高粘度溶液は、ケイ酸濃度が高い状態のままで置いても最早ゲル化することなく、しかも高度の凝集能力を維持していることが分った。後記の実施例によっても示されるとおり、Na量を0.08%程度としたケイ酸溶液は、 SiO_2 濃度が約8.7%である状態のままで約1年6ヶ月経過後においてもゲル化せず、しかも良好な凝集能力を維持している。

【0009】なお、脱アルカリ金属処理後のケイ酸溶液中のアルカリ金属の濃度は0.3%程度以下とすることが望ましい。アルカリ金属濃度が高くなると、ゲル化したまま凝集剤として用いることができない現象を示す等、本発明所期の効果を良好に得ることができないからである。また、ケイ酸溶液の重合の程度は、凝集効果の観点から、前記特願昭61-276688号の発明におけると同じ程度、すなわち極限粘度数を約0.2（100ml/g）以上（平均分子置において約20000（g/mol）程度以上）とすることが望ましい。さらに、ケイ酸濃度は、前記のとおり、凝集効果や保存・輸送のコスト低減の観点から、 SiO_2 換算で8%程度以上とすることが望ましく、ロータリーエバポレータ等の濃縮手段によって15%程度以上に濃縮することも可能であり、このように高度に濃縮したケイ酸溶液も、長期間の保存に堪えることができる。

【0010】上記の高重合ケイ酸溶液と共に用いる、水中において水酸化物を形成しうる可溶性の金属塩としては、特願昭61-276688号の明細書に記載したように各種の金属の塩を用いることができるが、水中で第二鉄イオンを生じる金属塩、例えば硝酸第二鉄、塩化第二鉄、硫酸第二鉄等を用いることが望ましい。水中で第二鉄イオンを生じる金属塩をケイ酸溶液に添加すると、凝集能力を高めると共にケイ酸溶液のゲル化時間をさらに延長しうることは、すでに本出願人の出願にかかる特願昭63-13665号の明細書に記載したとおりであり、このこと

は、本出願にかかるアルカリ金属濃度の低い高重合ケイ酸溶液についても適用される。また、この目的のためには、硝酸第二鉄を用いると特に好適であることが分った。

【0011】本発明の凝集剤の製造に際しては、まず、前記のようなアルカリ金属ケイ酸塩（ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム等）の溶液に脱アルカリ金属処理を施して、アルカリ金属濃度を低減させる。通常、この脱アルカリ金属処理は、上記のアルカリ金属ケイ酸塩溶液を、イオン交換樹脂層中を通過させ、又はイオン交換樹脂を添加攪拌した後にイオン交換樹脂を遠別することによって行う。これによって、ケイ酸溶液中のアルカリ金属、例えば Na、K 等が除去され、アルカリ金属濃度が著しく低減された酸性のケイ酸溶液が得られる。次いで、この酸性ケイ酸溶液に少量のアルカリ剤を添加して pH 値を中性付近に調整すると、溶液は急激に粘度を増していったゲル状態又は高粘稠状態のものとなるが、このゲル状物又は高粘稠物は、時間の経過と共に再び流動化して液状となるので、その極限粘度数を約 0.2 (100ml/q) 以上のものに調整する。さらに、 SiO_2 濃度が例えば約 8% 以上の高濃度となるように調整し、これに、前記の金属塩例えば硝酸第二鉄を加えて凝集剤とする。

【0012】

【実施例】

（実施例 1）H 型陽イオン交換樹脂 100g を入れたピーカ中に、 SiO_2 濃度を 8.6% に調整した水ガラス 3 号品の水溶液 100g を注入し、マグネチックスターラで 5 分間攪拌した。攪拌終了後にイオン交換樹脂を遠別して、濾液 60g を 100ml ピーカに入れた。濾液のナトリウム濃度は 0.02% であった。これをマグネチックスターラで攪拌しながら pH 調整のために 1N-NaOH を 2ml 添加して pH を 8.8 とした。濾液は 1N-NaOH 添加後に急激に粘度を増して約 30 秒後に完全にゲル化した。このゲルを 60°C の恒温槽中に 24 時間静置したところ再び液状化した。このようにして得られたケイ酸溶液の SiO_2 濃度は 7.9%、ナトリウム濃度は 0.10% であった。また、その極限粘度及び平均分子量を、ウベローデ粘度計及び限外濾過膜による分子量分画法により測定したところ、極限粘度は 0.29 (100ml/q)、平均分子量は約 280,000 (q/mol) であった。

【0013】（実施例 2）H 型陽イオン交換樹脂 200g を入れたピーカ中に、ケイ酸濃度を 9.0% に調整した水ガラス 3 号品の水溶液 100g を注入し、マグネチックスターラで 5 分間攪拌した。攪拌終了後にイオン交換樹脂を遠別して、 SiO_2 濃度 9.0%、ナトリウム濃度 0.01% のケイ酸溶液 90g を得た。これをマグネチックスターラで攪拌しながら pH 調整のために 1N-NaOH を 3.5ml 添加して pH を 8.8 とした。ろ液は 1N-NaOH 添加後に急激に粘度を増して約 30 秒後に完全にゲル化した。このゲルを 60°C の恒温槽中に 24 時間静置したところ再び液状化した。このようにして調整した重合ケイ酸溶液を 20°C の恒温槽中に 18 月

間保存した。18 月保存後の重合ケイ酸溶液は SiO_2 濃度 8.7%、ナトリウム濃度 0.084% で、極限粘度数は 0.27 (100ml/q)、平均分子量は 270,000 (q/mol) であった。

【0014】（実施例 3） SiO_2 濃度を 8.6% に調整した水ガラス 3 号品の水溶液 2 kg と H 型陽イオン交換樹脂 2 kg とを 5 リットルピーカに同時に投入し、攪拌機で 5 分間攪拌した。攪拌終了後にイオン交換樹脂を遠別し、得られた濾液 1.8kg (ナトリウム濃度 0.02%) を 2 リットルピーカに入れ、攪拌しつつ 1N-NaOH を 60ml 添加した。濾液は約 30 秒後に完全にゲル化した。これを 60°C の恒温槽中に移して 24 時間置いたところ再び液状となった。これをロータリーエバポレータで約 2.5 倍に濃縮した。（ロータリーエバポレータは、温度 75°C、回転数 40rpm、圧力 20~150mmHg で操作した。）上記のようにして得られた重合ケイ酸の SiO_2 濃度は 18.8%、ナトリウム濃度は 0.26% であった。また、ウベローデ粘度計による極限粘度は 0.28 (100ml/q)、限外濾過膜法による平均分子量は約 280,000 (q/mol) であった。

【0015】（実施例 4）H 型陽イオン交換樹脂 500g を内径 5cm のアクリル製ろ過筒に充填した厚さ 32cm の樹脂層に、 SiO_2 濃度を 4.3% に調整した水ガラス 3 号品の水溶液 1 kg をろ過速度 2ml/hr で通過せしめ、 SiO_2 濃度 4.3%、ナトリウム濃度 0.004% のろ液 900g を得た。このろ液をピーカに採り、マグネチックスターラで攪拌しながら pH 調整のために 1N-NaOH を 8ml 添加して pH を 7.7 とし 20°C で放置したところ、徐々に粘度が上昇し 13 時間後にはゲル化した。このゲルを 60°C の恒温槽中に 24 時間静置したところ再び液状化した。この溶液をロータリーエバポレータで約 2 倍に濃縮した。（ロータリーエバポレータは、温度 75°C、回転数 40rpm、圧力 20~150mmHg で操作した。）このようにして得られたケイ酸溶液の SiO_2 濃度は 8.6%、ナトリウム濃度は 0.048% であった。また、その極限粘度数を Ubbelohde 粘度計により測定した比粘度から Huggins 式を用いて算出し、平均分子量を限外濾過膜による分子量分画法により求めたところ、極限粘度は 0.23 (100ml/q)、平均分子量は約 260,000 (q/mol) であった。

【0016】（実施例 5）H 型陽イオン交換樹脂 500g を入れたピーカに、 SiO_2 濃度を 8.6% に調整したケイ酸カリウム水溶液 500g を加え、マグネチックスターラで 5 分間攪拌した。攪拌終了後、イオン交換樹脂を遠別し、得られた濾液 420g をピーカに採り、攪拌しながら 1N-NaOH を 14ml 添加したところ、急激に粘度を増して約 30 秒後に完全にゲル化した。このゲルを 60°C の恒温槽中に移して 24 時間置いたところ再び液状となった。このケイ酸溶液（ SiO_2 濃度 8.4%、カリウム濃度 0.076%）の極限粘度は約 0.29 (100ml/q)、平均分子量は 280,000 (q/mol) であった。（測定方法は前記各実施例と同じである。）

【0017】（実施例 6）実施例 3 で調製した重合ケイ

酸溶液に金属塩として塩化第二鉄、硝酸第二鉄及び硫酸第二鉄の3種を用い、それぞれについて、Si:Feのモル比が3:1で、有効成分濃度($\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)が10.0%、12.5%、15.0%及び17.5%の凝集剤を、次のように調製した。まず、実施例3で得られた重合ケイ酸溶液を35.9a、45.1a、55.3a及び64.6aずつ分取した4個のビーカーの各々に、塩化第二鉄6.23a、7.79a、9.36a及び10.9aをそれぞれ添加し、これらに蒸留水を加えて100aとし、4つの凝集剤を調製した。

【0018】同様にして、同じく実施例3で調製した重合ケイ酸溶液を分取したこのビーカーに、硝酸第二鉄を15.5a、19.4a、23.3a及び27.2aをそれぞれ添加し、蒸留水を加えて100aとした4つの凝集剤と、実施例4で調製した重合ケイ酸を分取した4個のビーカーに硫酸第二鉄を10.7a、13.4a、16.1a及び18.8a添加し、蒸留水を加えて100aとした4つの凝集剤とを、それぞれ調製した。

【0019】(実施例7) 実施例5で得られた重合ケイ酸溶液を3個のビーカーに82.5aずつ分取し、各々に塩化第二鉄6.23a、硝酸第二鉄15.5a、硫酸第二鉄10.7aをそれぞれ添加し、これに蒸留水を加えて100aとし、Si:Feのモル比が3:1で、有効成分濃度($\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)が10.0%の3種類の凝集剤を調製した。

8
* 0%の3種類の凝集剤を調製した。

【0020】(参考例) 脱アルカリ金属を施さない高重合ケイ酸溶液を用いて、次のとおり有効成分濃度を10%とした凝集剤を調製した。すなわち、 SiO_2 濃度を11.0% (SiO_2 として)に調整した水ガラス3号品の水溶液640aを、5.4N-HCl 160ml中に攪拌しながら混入し、pH2.0、 SiO_2 濃度8.8%のケイ酸溶液800aを得た。このケイ酸溶液を50℃の恒温槽中で30分間維持しながら重合し、極限粘度0.30 (100ml/g)、平均分子量350,000 (g/mol)の重合ケイ酸溶液を得た。この重合ケイ酸溶液を3個のビーカーに78.8aずつ分取し、各々に塩化第二鉄6.23a、硝酸第二鉄15.5a、硫酸第二鉄10.7a添加した。これらに蒸留水を加えて100aとし、Si:Feのモル比が3:1で、有効成分濃度($\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)が10.0%の3種類の凝集剤を調製した。

【0021】(試験例) 実施例6及び7、ならびに上記参考例において調製した18種の凝集剤を、それぞれ60℃及び20℃の恒温槽中に保存してゲル化時間の測定を行った。その結果を(表1)に示す。

【0022】

【表1】

製造区分	試験番号	金属塩	モル比 (Si:Fe)	有効成分濃度(%)	pH	ゲル化時間(hr) 90℃	20℃
実施例7 (脱アルカリ処理)	1	塩化第二鉄	3:1	10.0	1.5	110	8800
	2	"	"	12.5	1.3	95	6000
	3	"	"	15.0	1.3	50	2650
	4	"	"	17.5	1.2	30	1100
	5	硝酸第二鉄	"	10.0	1.1	880	>12000
	6	"	"	12.5	0.9	180	8800
	7	"	"	15.0	0.8	50	3850
	8	"	"	17.5	0.6	48	2400
	9	硫酸第二鉄	"	10.0	1.3	85	1100
	10	"	"	12.5	1.1	20	120
	11	"	"	15.0	1.0	10	50
	12	"	"	17.5	0.9	8	25
実施例8 (脱アルカリ処理)	13	塩化第二鉄	"	10.0	1.4	95	6000
	14	硝酸第二鉄	"	"	1.1	240	18000
	15	硫酸第二鉄	"	"	1.3	35	1100
参考例 (脱アルカリ金属処理不実施)	16	塩化第二鉄	"	10.0	1.5	2	30
	17	硝酸第二鉄	"	"	1.1	4	50
	18	硫酸第二鉄	"	"	1.3	0.5	8

【0023】(表1)によって明らかとなお、脱アルカリ金属処理を施さない高重合ケイ酸溶液を用いた凝集剤は、有効成分濃度を10%に高めた場合におけるゲル化時間が、高温において数時間ないし数十時間程度であるのに対し、脱アルカリ金属処理を施した高重合ケイ酸溶

液を用いた本発明による凝集剤は、有効成分濃度を10%程度以上とした場合においても極めて良好な保存安定性を示した。特に、併用する金属塩として塩化第二鉄又は硝酸第二鉄を用いた場合においては、有効成分濃度が15.0~17.5%という極めて高い領域においても、高温に

において約1000時間ないし12000時間もゲル化することなく、安定した状態で保存することができた。併用金属塩として硫酸第二鉄を用いたものも、有効成分濃度10%程度であれば1000時間以上の保存に増えられることが分かる。

【0024】さらに、本発明による凝集剤の凝集効果を確認するため、(表1)の試験番号1ないし15の凝集剤についてジャーテストを実施した。すなわち、蒸留水にカオリンおよび炭酸水素ナトリウム(NaHCO_3)を加えて*

*濁度100度、アルカリ度60mg/l(CaCO_3 として)、pH7.5に調整した濁水を試験対象水とし、これに上記15種の凝集剤を注入攪拌した。凝集剤注入率はFeとして2.0mg/lで、攪拌条件は120rpm、3分の後、30rpm、7分とした。攪拌開始からフロックが出現するまでの時間と形成フロック粒径および攪拌終了5分後の上澄水濁度を測定した。結果を(表2)に示す。

【0025】

【表2】

製造 区分	試験 番号	金属塩	モル比 Si:Fe	有効成分 濃度(%)	フロック出現 時間(秒)	フロック 粒径(mm)	上澄水 濁度(度)
実 施 例	1	塩化第二鉄	3:1	10.0	30	2.0~5.0	0.8
	2	"	"	12.5	30	2.0~5.0	0.8
	3	"	"	15.0	30	2.0~5.0	0.8
	4	"	"	17.5	30	2.0~5.0	0.8
	5	硫酸第二鉄	"	10.0	30	2.0~5.0	0.6
	6	"	"	12.5	30	2.0~5.0	0.8
	7	"	"	15.0	30	2.0~5.0	0.8
	8	"	"	17.5	30	2.0~5.0	0.7
	9	硫酸第二鉄	"	10.0	30	2.0~5.0	0.7
	10	"	"	12.5	30	2.0~5.0	0.8
	11	"	"	15.0	30	2.0~5.0	0.8
	12	"	"	17.5	30	2.0~5.0	0.8
8	13	塩化第二鉄	3:1	10.0	30	2.0~5.0	0.7
	14	硫酸第二鉄	"	"	"	2.0~5.0	0.9
	15	硫酸第二鉄	"	"	"	2.0~5.0	0.6

【0026】(表2)によって明らかとなり、本発明の凝集剤は、フロック出現時間、フロック粒径及び上澄水濁度のいずれかの観点からしても、極めて良好な凝集能力を示すことが確認された。

【0027】(試験例2)実施例2で得られた、18ヶ月貯蔵後の重台ケイ酸を79.7g分取した100mlビーカーに塩化第二鉄($\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)を10.4g添加し、蒸留水で100gとして、Si:Feのモル比が3:1で、有効成分濃度($\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)が10%の凝集剤を調製した。この凝集剤の凝集効果をジャーテストにより検討した。蒸留水にカオリン及び炭酸水素ナトリウム(NaHCO_3)を加えて濁度100度、アルカリ度60mg/l(CaCO_3 として)とし、pH7.5に調整した濁水を試験対象水とした。凝集剤注入率はFeとして2.0mg/lで、攪拌条件は120rpm、3分後、30rpm、7分とした。攪拌開始からフロックが出現するまでの時間と形成フロック粒径及び攪拌終了5分後の上澄水濁度を測定した。結果は次のとおりであった。

フロック出現時間……30(sec)、フロック粒径……2.0~5.0(mm)、上澄水濁度……0.6(度)。

この凝集剤、すなわち18ヶ月貯蔵保存したケイ酸溶液を

用いた凝集剤も、フロック出現時間、フロック粒径および上澄水濁度のいずれかの観点からしても、極めて良好な凝集効果を有することが確認できた。

【0028】(試験例3)高重合ケイ酸溶液調製過程において、pH調整のためにアルカリ剤を添加することなく、脱アルカリ金属処理を行ったままの状態でゲル化及び再溶液化を行ったものについての凝集効果を確認するため、次の試験を行った。H型陽イオン交換樹脂50gを入れたビーカー中に、ケイ酸濃度を8.6%に調整した水ガラス3号品の水溶液100gを注入し、マグネチックスターラで5分間攪拌した。は0.14% (モル濃度では0.061mol/l、モル比では0.042)、pH9.3のケイ酸溶液90gを得た。このケイ酸溶液は20℃の室温で約10分後にゲル化した。このゲルを60℃の恒温槽中に移して24時間置いたところ再び液状化した。このようにして調製した重台ケイ酸溶液の極限粘度は約0.23(100ml/g)、平均分子量は240,000(g/mol)であった。

【0029】この重台ケイ酸を80.6g分取した100mlビーカーに、塩化第二鉄($\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)を10.4g添加し、蒸留水で100gとして、Si:Feのモル比が3:1で、有効成分濃度

11

($\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)が10%の凝集剤を調製した。この凝集剤の凝集効果をジャーテストにより検討した。蒸留水にカオリン及び炭酸水素ナトリウム (NaHCO_3)を加えて濁度100度、アルカリ度50mg/l (CaCO_3 として)とし、pH7.5に調整した濁水を試験対象水とした。凝集剤注入率はFeとして2.0mg/lで、攪拌条件は120rpm、3分後、30rpm、7分とした。攪拌開始からフロックが出現するまでの時間と形成フロック粒径及び攪拌終了5分後の上澄水濁度を測定した。結果は次のとおりであった。

フロック出現時間……30(sec)、フロック粒径……2.0～5.0(mm)、上澄水濁度……0.8(度)。

前記のように調製した凝集剤も、フロック出現時間、フロック粒径および上澄水濁度のいずれかの観点からしても、極めて良好な凝集効果を有することが確認できた。

【0030】(試験例4)重合ケイ酸溶液中におけるアルカリ金属濃度の相違による溶液の性状変化を確認する*

12

*ため、次の試験を行った。 SiO_2 濃度を9.0%に調整した水ガラス3号品水溶液2kgをH型陽イオン交換樹脂3kgを入れた5リットルビーカーに注ぎ、攪拌器で5分間攪拌して脱ナトリウム処理した後、イオン交換樹脂をろ別して SiO_2 濃度9.0%、ナトリウム濃度0.01%のケイ酸溶液1.8kgを得た。このケイ酸溶液150gずつを11個の200mlビーカーに分取し、それぞれに所定の水酸化ナトリウム溶液を加えてNa濃度を調整し、そのpH、シリカ濃度及びナトリウム濃度を測定した。これを室温(20℃)で放置し、ゲル化したものをさらに60℃の恒温槽中に移して24時間保持した。24時間経過後に溶液状になっているものの極限粘度数及び分子量を測定した。その結果を(表3)に示す。

【0031】

【表3】

No.	pH	SiO_2 濃度%	Na濃度 %	室温(20℃) でゲル化時間	60℃で24 時間後の状態	極限粘度数 100ml/g	分子量 g/mol
1	6.6	8.6	0.041	1分以内	溶液	0.48	640000
2	7.5	8.9	0.051	"	溶液	0.42	580000
3	8.3	8.8	0.082	"	溶液	0.37	600000
4	9.0	8.6	0.108	"	溶液	0.28	260000
5	9.9	8.9	0.154	10分後	溶液	0.21	220000
6	10.1	6.6	0.185	"	溶液	0.20	200000
7	10.5	8.8	0.200	30分後	溶液	0.18	170000
8	10.8	8.6	0.291	"	溶液	0.14	99000
9	11.1	8.6	0.449	24時間以内に ゲル化せず	ゲル	—	—
10	11.2	8.8	0.514	"	ゲル	—	—
11	11.9	8.6	0.980	"	ゲル	—	—

【0032】(表3)によっても分かるように、Na濃度が0.3%程度を超えるものは、上記条件の本発明の実施に必要な再溶解化を行うことができなかった。

【0033】

【発明の効果】本発明によれば、脱アルカリ金属処理を施してアルカリ金属濃度が著しく低減され、かつ SiO_2 濃度の高い高重合ケイ酸を用いることにより、高重合ケ

イ酸溶液を用いる水処理用凝集剤の凝集能力、保存安定性をさらに高めることができ、また、製造コストや輸送コストを低減することができる。また、本発明の製造方法によれば、上記のように凝集能力と保存安定性の高い水処理用凝集剤を、通常の水ガラスやケイ酸カリウムを原料として容易に製造することができる。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭54-75157 (J P, A)
特開 昭55-28749 (J P, A)
特開 昭63-130189 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁴, D B名)

B01D 21/01

C02F 1/52

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.